

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    9 月 1 8 日  
Date of Application:

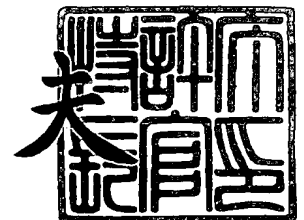
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 3 2 6 8 3 4  
Application Number:  
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 3 - 3 2 6 8 3 4 ]

出      願      人                      J F E ス チ ール 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 0 月 3 1 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 2003S00452  
【提出日】 平成15年 9月18日  
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿  
【国際特許分類】 B22F 1/02  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社  
                                内  
    【氏名】 植田 正輝  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社  
                                内  
    【氏名】 中村 尚道  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社  
                                内  
    【氏名】 前谷 敏夫  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社  
                                内  
    【氏名】 上ノ菌 聡  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000001258  
    【氏名又は名称】 J F E スチール株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100072051  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 杉村 興作  
【先の出願に基づく優先権主張】  
    【出願番号】 特願2002-377770  
    【出願日】 平成14年12月26日  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 074997  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0018860

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末であって、該被覆材が、アルミニウムを含有するリン酸塩またはリン酸化合物であることを特徴とする圧粉磁心用金属粉末。

**【請求項 2】**

前記被覆材中のリン含有量を  $P$  (mol)、全金属含有量を  $M$  (mol) としたとき、その比  $P/M$  が 1 以上、10 未満であることを特徴とする請求項 1 記載の圧粉磁心用金属粉末。

**【請求項 3】**

前記  $P/M$  比が、2 以上、3 以下であることを特徴とする請求項 2 記載の圧粉磁心用金属粉末。

**【請求項 4】**

前記請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の金属粉末を、加圧成形してなる圧粉磁心。

**【請求項 5】**

前記請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の金属粉末を、潤滑剤および／または樹脂を添加した上で、加圧成形してなる圧粉磁心。

**【請求項 6】**

加圧成形後、加熱処理を施すことを特徴とする請求項 4 または 5 記載の圧粉磁心。

**【書類名】 明細書****【発明の名称】 圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心****【技術分野】****【0001】**

本発明は、高い絶縁性、磁束密度および成形体強度を併せ持ち、モーター用鉄心として好適な圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心に関するものである。

**【背景技術】****【0002】**

近年、住宅における各種アメニティ設備および自動車におけるパワーステアリングやパワーウィンドなど、従来は手動あるいは油圧による制御が行われていたような箇所に対して、モーターによる電動制御の採用が盛んに行われている。

このような用途では、実装スペースが限定されるために、小型であると同時に、高出力で制御性に優れたモーターが要求される。そのため、汎用品モーターの利用が困難である場合が多く、かような用途に適した小型で高性能なモーターの開発が急がれている。

そして、この開発に際しては、モーターの性能を決定する部品である鉄心について、いかに性能の低下を招くことなく小型化するか、ということが重要なポイントになる。

**【0003】**

ところで、従来から使用されているモーターの多くは、鉄心として電磁鋼板や電磁鉄板の積層ブロックを打ち抜いて作られるコア（積層コア）が用いられている。その理由としては、電磁鋼板や電磁鉄板は比較的安価でありながら、飽和磁束密度や透磁率等モーターに要求される性能が優れていることが挙げられる。

しかしながら、積層コアは、鉄心形状を小型化するほど生産コストが大きくなるという問題がある。というのは、積層コアの打ち抜き加工には、元の積層ブロックにある程度の大きさが必要とされるため、コア形状が小さい場合には打ち抜かれて廃棄される部分の割合が大きくなってしまっただけでなく、小さいコアほど打ち抜き時の欠陥、例えば打ち抜き部でのバリ発生などの欠陥が生じ易くなるため、製品歩留りが低下する傾向があるからである。

そのため、小型で高性能なモーターの開発に当たっては、積層コアに変わる鉄心材料の開発が強く求められていた。

**【0004】**

この流れを受けて、現在、鉄心材料として鉄などの強磁性体金属の粉末を金型に充填し、それを加圧成形して作製される圧粉磁心がモーター用鉄心材料として注目を浴びつつある。

その理由としては、圧粉磁心では、積層コアのように廃棄する部分がないので材料コストの削減が可能であることに加え、形状自由度が非常に高いので、例えばモーターの小型化を実現する上での鉄心形状の設計変更が容易であり、また樹脂や無機粉末などの絶縁物と金属粉末を混合して金属粉末間の絶縁性を上昇させることができるので、モーター動作時の渦電流損失を大幅に低減してモーターの効率を大幅に改善することができるなど、積層コアには無い非常にユニークな特性を引き出し得ることが挙げられる。

**【0005】**

一方、圧粉磁心をモーター用鉄心に適用する場合には、いくつかの特性を改善する必要がある。

その第一として、絶縁性が挙げられる。すなわち、モーター内のように磁界が時々刻々変化する場所では、鉄心内部で起電力が発生することが知られているが、鉄心の絶縁性が低いと、この起電力によって渦電流が発生し、鉄心の過剰な発熱を招く。このような発熱は、機器のエネルギー効率を著しく劣化させるばかりでなく、機器の損傷の原因となるので好ましくない。

そのため、鉄粉表面を絶縁物で被覆し、圧粉磁心自体の絶縁性を向上させる必要がある。

**【0006】**

その第二として、圧粉磁心の磁気特性と強度が挙げられる。すなわち、従来の圧粉磁心は、積層コアに比べて磁束密度が低いのでモーターに実装した場合、トルクなどの性能が低下するという問題があった。また、粉末を原料とするため、積層コアに比べて強度が低いので、巻線時や使用時の振動によってコアの破壊が起きるという問題もあった。従来、ノイズフィルター用圧粉磁心などでは、絶縁性はある程度得られていたが、強度と磁束密度はモーター用途を考慮した場合には極めて不十分であった。

そのため、圧粉磁心の磁束密度および強度の改善が、強く求められている。

#### 【0007】

上述したように、圧粉磁心をモーター用鉄心として利用するためには、絶縁性、磁束密度および強度の全ての問題を解決することが要求される。

このため、圧粉磁心の磁束密度、強度および絶縁性を向上させる方法については、従来から種々の検討がなされている。

例えば、圧粉磁心の磁束密度については、成形体の密度の上昇に伴って向上することが知られているので、この知見に基づいて、圧粉磁心の磁束密度を向上させる方法について種々の提案がなされている。

#### 【0008】

また、圧粉磁心の磁束密度を低下させている要因として、金属粉末の形状による磁気異方性の高さに着目し、この磁気異方性を金属粉末の扁平化によって低減することで磁束密度の向上を図る技術なども提案されている（例えば特許文献1参照）。

しかしながら、この方法では、金属粉末において形状異方性の発生が避けられないため、磁化の容易な方向と困難な方向が発生し、モーターのように磁化方向が変動するような用途への適用は非常に困難であった。

また、扁平化した粉末だけで作製した圧粉磁心は、扁平化粉末の長手方向にそって雲母様に剥離する傾向があるので、成形体強度を向上させるためには樹脂の添加が必要となるが、この樹脂の添加によって磁束密度が逆に低下してしまうため、結果的に磁束密度の向上が中途半端になるという問題もあった。

#### 【0009】

また、成形体の強度を向上させる方法についても多くの検討がなされている。

例えば、鉄粉にエポキシ樹脂やフッ素樹脂等の樹脂バインダーを被覆することによって圧粉磁心の強度を向上させる技術が提案されている（例えば特許文献2参照）。

しかしながら、バインダーを添加した場合、成形体強度は向上するものの、圧粉磁心内の鉄の体積割合が減少するために、磁束密度や透磁率は著しく低下するという問題があり、モーター用鉄心のように高い磁束密度が必要とされる用途には適用が困難であった。

#### 【0010】

さらに、成形体強度を向上させる別の方法として、酸で金属粉末表面を処理する方法が知られている。

例えば、P.Lefebverらは、金属粉末を硫酸で表面処理して表面粗度を大きくした金属粉末を用いると成形体強度が向上することを報告している（例えば非特許文献1参照）。

また、表面にリン酸を被着させた鉄粉を用いることによって、絶縁性や成形体強度の高い圧粉磁心を得る技術が開示されている（例えば特許文献3および特許文献4参照）。

しかしながら、上記したような硫酸やリン酸を用いる方法は、樹脂が添加されていないので成形体密度の低下は防止できるけれども、表面処理に酸を用いるため、反応せずに残存した酸によって金属の腐食が徐々に進行する結果、磁気特性や強度などの特性が経時劣化するという問題があった。また、絶縁性も十分ではないという問題もあった。

#### 【0011】

さらに、圧粉磁心の絶縁性を向上させる方法についても、いくつか検討が行われている。

例えば、上記した樹脂を用いる方法に加えて、軟磁性粉末表面をP, Mg, B, Feを必須元素とするガラス状絶縁物で被覆して絶縁性を向上させる方法が提案されている（例えば特許文献5参照）。

しかしながら、この方法で得た軟磁性粉末は、588 MPa 以上の高圧力で成形するとガラス状絶縁物が破壊されて、絶縁性が著しく低下してしまうので、成形体密度の向上による磁束密度の向上を図ることが難しいという問題があった。

#### 【0012】

【特許文献1】特開平2-153003号公報（特許請求の範囲）

【特許文献2】特開昭59-50138号公報（特許請求の範囲）

【非特許文献1】「P.Lefebver et.al: Powder Met., 1999, 42, P.325 ~330」

【特許文献3】特開平7-245209号公報（特許請求の範囲）

【特許文献4】特表2000-504785号公報（特許請求の範囲）

【特許文献5】特開平6-260319号公報（特許請求の範囲）

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0013】

本発明は、上記した従来技術の諸問題を有利に解決するために開発されたもので、その目的とするところは、高い絶縁性と磁束密度を示すのみならず、高い成形体強度を有し、モーター用の鉄心として好適な圧粉磁心用金属粉末を、それを用いた圧粉磁心と共に提案することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0014】

さて、発明者らは、上記の課題を達成するために、金属および金属粉末の表面処理について綿密な調査・検討を行った。

その結果、金属粉末の表面を、アルミニウムを含有するリン酸塩またはリン酸化合物で処理すると、金属粉末表面上で化成反応が起きることにより、密着性が向上し、また衝撃や加圧に対しても丈夫となり、その上腐食の発生が認められない絶縁層が形成されることの知見を得た。

また、この絶縁層は、686 MPa 以上の高圧力で成形した場合であっても破壊されず、高い絶縁性を示すことが判明した。

さらに、得られた成形体は、高い強度を有することも判明した。

本発明は、上記の知見に立脚するものである。

#### 【0015】

すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末であって、該被覆材が、アルミニウムを含有するリン酸塩またはリン酸化合物であることを特徴とする圧粉磁心用金属粉末。

#### 【0016】

2. 前記被覆材中のリン含有量をP(mol)、全金属含有量をM(mol)としたとき、その比P/Mが1以上、10未満であることを特徴とする上記1記載の圧粉磁心用金属粉末。

#### 【0017】

3. 前記P/M比が、2以上、3以下であることを特徴とする上記2記載の圧粉磁心用金属粉末。

#### 【0018】

4. 上記1～3のいずれかに記載の金属粉末を、加圧成形してなる圧粉磁心。

#### 【0019】

5. 上記1～3のいずれかに記載の金属粉末を、潤滑剤および／または樹脂を添加した上で、加圧成形してなる圧粉磁心。

#### 【0020】

6. 加圧成形後、加熱処理を施すことを特徴とする上記3または4記載の圧粉磁心。

#### 【発明の効果】

#### 【0021】

本発明によれば、高い絶縁性と磁束密度を有し、かつ高い成形体強度を持つ、モーター

用の鉄心として有用な圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心を得ることができ、産業上極めて有用である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

以下、本発明を具体的に説明する。

本発明は、鉄などの強磁性体金属を主成分とする原料粉末（以下、単に原料粉末と略す）の表面を、アルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物で被覆したことを特徴とする金属粉末であり、原料粉末の表面を被覆する材料は、例えばリン酸化合物とアルミニウムを含む金属化合物を原料として作製される。

【0023】

ここに、被覆材の原料として用いられるこのリン酸化合物は、リン原子に結合する水酸基を2個以上有するリン酸類であり、五酸化二リンを水和して得られる酸およびその塩を総称したものである。具体的には、メタリン酸、ピロリン酸、オルトリン酸、三リン酸、四リン酸およびそれらの塩などが挙げられる。なお、本発明においては、これ以外のリン酸化合物、例えばモノメチルリン酸、モノオクチルリン酸、モノフェニルリン酸などのリン酸モノエステルや、それ以外のリン酸化合物およびその塩を用いることもできる。なお、本発明においては、これらのリン酸化合物は水等の溶媒に可溶なものであることが好ましい。

【0024】

また、被覆材の原料として用いられるこのアルミニウムを含む金属化合物は、アルミニウムを含むものであればどのようなものでもかまわないが、例えばアルミニウムのリン酸塩、硝酸塩、酢酸塩および水酸化物等などが有利に適合する。

さらに、本発明においては、アルミニウム以外の金属を含む金属化合物を併用することもできる。そのような金属化合物としては、Mg, Mn, Zn, Co, Ti, Sn, Ni, Fe, Zr, Sr, Y, Cu, Ca, V および Ba などの金属元素を含有する、リン酸塩、炭酸塩、硝酸塩、酢酸塩および水酸化物等などが例示される。

なお、本発明においては、これらの金属化合物についても水等の溶媒に可溶なものであることが好ましい。

【0025】

本発明では、原料粉末の表面に被覆するアルミニウムを含有するリン酸塩またはリン酸化合物について、それに含まれるリンの含有量を  $P(\text{mol})$ 、全金属元素の含有量を  $M(\text{mol})$  としたとき、そのモル比  $P/M$  を1以上、10未満とすることが好ましい。というのは、 $P/M$  比が1未満では、金属表面での化成反応が不十分であり、金属粉末表面の化成膜の密着性が低下するため、成形体の強度や絶縁性の低下を招き、一方  $P/M$  比が10以上になると、被覆処理後に遊離したリン酸が残存するようになり、金属粉末の腐食が生じるおそれがあるからである。好ましい  $P/M$  比は、1以上、5以下の範囲である。さらに、比抵抗のばらつきや不安定化を効果的に防止するには、 $P/M$  比を2以上、3以下と範囲に制御するのが一層有利である。

【0026】

なお、 $P/M$  比の調整は、リン酸化合物、アルミニウム化合物およびその他の金属化合物を、 $P/M$  比が所望の値になるようにそれぞれ所定量用いる方法、一旦  $P/M$  比を所定の量とした上で  $P/M$  比が所望の値となるように、さらにリン酸化合物あるいはアルミニウム化合物およびその他の金属化合物のいずれかを加える方法などが挙げられるが、いずれの方法を用いてもかまわない。また、これら以外の方法を用いても、勿論かまわない。

また、 $P/M$  比の定量は、化合物中のリンおよび金属の成分量を定量分析によって求めから、モルに換算しても良いし、あるいは原料中に含まれるリンおよび金属の成分量を定量分析によって求めておき、モル比が所定の  $P/M$  比となるように混合しても良い。勿論、それ以外の方法を用いてもかまわない。

【0027】

なお、本発明においては、成形体の強度や磁束密度の低下を招くものでなければ、被膜

中あるいは被膜下層または被膜上層に、アルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物以外の物質が存在していてもかまわない。かような物質としては、例えば界面活性剤などの金属と被覆物質の濡れ性改善を目的とする材料、粉末同士の結着を目的とする樹脂、被覆時のリン酸塩および被覆原料の物性たとえばpH等の調整を目的とする添加剤などがあるが、これらは総量で全被覆材中の5mass%以下に抑制することが好ましい。

また、本発明においては、全金属元素のモル数をM、アルミニウム元素のモル数を $\alpha M$  ( $\alpha$ は $0 \leq \alpha \leq 1$ となる数値)、それ以外の金属成分のモル数を $(1 - \alpha) M$ とした時、 $\alpha$ は0.3超、1以下であることが好ましい。というのは、 $\alpha$ が0.3以下になると、リン酸との反応性が高いアルミニウムが少なくなるため、遊離リン酸が未反応のまま残存してしまい、金属粉末の腐食が生じるおそれがあるからである。なお、本発明において、特に好ましい $\alpha$ 値は $0.4 \leq \alpha \leq 1.0$ であり、さらに好ましくは $0.8 \leq \alpha \leq 1.0$ の範囲である。

#### 【0028】

本発明において用いられる原料粉末は、強磁性を呈しかつ高い飽和磁束密度を示す金属粉末であれば、いずれを用いても良い。そのような金属粉末としては、例えば鉄粉、Fe-3%Si合金粉に代表されるFe-Si合金粉、Fe-Al合金粉、Fe-Ni合金粉、センダスト粉および鉄系非晶質合金粉などが挙げられる。本発明では、これらから選ばれた1種または2種以上の金属粉末を原料粉末として使用する。また、これらの原料粉末に形状を付与（例えば球状化）することを目的として、何らかの機械加工を事前に施したものをを用いても良い。

上記した金属粉末の中でも、アトマイズ鉄粉、還元鉄粉および電解鉄粉等に代表される純鉄粉は、飽和磁束密度や透磁率などの磁気特性に優れるだけでなく、圧縮性に優れ、その上安価であるため、本発明における原料粉末として極めて有利に適合する。かような純鉄粉としては、例えばJFEスチール（株）製のKIP-MG270H、KIP-304ASなどが挙げられる。

#### 【0029】

上記した各原料粉末の粒度については、特に制限はなく、圧粉磁心の用途や要求特性によって適宜決定することができる。また、原料粉末には、圧縮性や圧粉磁心の磁気特性などに悪影響を及ぼさない範囲で、含有元素の調整を行ったものをを用いても良い。

#### 【0030】

本発明において、原料粉末の表面上に、アルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物の被膜を被覆する方法としては、CVD、PVDなどの気相蒸着法、メカノフュージョンなどの各種の乾式による被覆処理法、原料としてのリン酸化合物および金属化合物を含む溶液を用いる湿式の被覆処理法などが挙げられるが、本発明においては、これらいずれの方法であっても、あるいはこれら以外の方法を用いても構わない。その中でも、原料としてのリン酸化合物および金属化合物を含む溶液を用いた湿式の被覆処理法は、気相蒸着法などに比べて簡便な上に、そのリン酸化合物とアルミニウム化合物の混合比を調整することでP/M比を所望の値にすることが容易であるため、乾式の被覆処理法に比べてリンと金属元素のモル比（P/M）を正確に制御することができ、さらに原料粉末表面への被覆も均一に行うことができるので、特に好ましい。

#### 【0031】

なお、湿式法で被覆処理する場合、用いる溶液の金属に対する反応性を制御することを目的として、溶液のpHを所望の値に調整しておくことが好ましい。好適なpHの範囲は1以上、6以下である。pHの値が1に満たないと、反応性が高くなりすぎ、処理時、反応が過剰になる部分が発生するため、被膜の成分・組成が不均一になったり、密着性の低下を招く。一方、pHの値が6より大きくなると、反応性が低下してしまうため、被膜の生成が十分に進行しない。

本発明においては、溶液のpHを調整するために、溶液中にpH調整剤を添加してもかまわない。pH調整剤としては、例えばリン酸1ナトリウム、リン酸2ナトリウム、酸性ピロリン酸ナトリウム、リン酸1カリウム、リン酸2カリウム、フマル酸1ナトリウムおよびホウ酸などが挙げられる。但し、本発明においては、上記した以外の材料を用いてpH調整を



行っても、勿論かまわない。

#### 【0032】

湿式による被覆処理法としては、アトライターやヘンシェルミキサーなどのように槽内で攪拌混合する方法、転動流動槽型被覆装置のように流動状態で混合する方法などが挙げられるが、本発明においてはいずれの方法を用いても構わないし、それら以外の方法を用いても勿論構わない。湿式混合を行う場合、金属粉末に対する溶液の供給は、混合開始前あるいは開始直後に全量を供給する方法でも構わないし、混合中に数回に分けて供給する方法でも構わない。また、液滴供給装置やスプレーなどを用いて、混合中に継続して供給するようにしても良い。

#### 【0033】

特に、スプレーによる溶液供給は、溶液を粉末全体に均一に散布することが可能であり、さらにスプレーの噴霧条件の調整により、噴霧液滴の径を $10\mu\text{m}$ 程度まで小さくすることができるので、被膜厚みが過剰になることも防止できる。その結果、金属粉末全体を均一かつ薄い被膜で被覆することが可能となる。従って、本発明においては、スプレーを用いて被覆処理を行うことが好ましい。

また、流動造粒機や転動造粒機などのような流動槽およびヘンシェルミキサーのような攪拌型混合機による攪拌を行うと、粉体同士の凝集が抑制される利点がある。従って、流動槽やヘンシェルミキサーでスプレーを用いて溶液を噴霧すると、スプレー噴霧による効果と、流動槽やヘンシェルミキサーを利用した効果とが複合し、より均一な被覆が得られるので、特に好ましい。なお、溶媒の乾燥の促進や反応の促進などを目的として、混合中あるいは混合後に加熱処理を行うことは有利である。

#### 【0034】

ここに、金属粉末に対する被覆材の添加量は、粉末全体で0.05～5mass%の範囲とすることが好ましい。というのは、0.05%mass%を下回ると、被覆材が少なすぎるために金属粉末の被覆が不均一となって、強度の低下のみならず、絶縁性の低下を招き、一方5mass%を超えた場合は、圧粉磁心中の金属粉末の割合が著しく低下するので、成形体強度のみならず磁束密度の著しく低下を招くからである。

#### 【0035】

ところで、本発明に従う、アルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物で被覆した金属粉末は、リン酸塩またはリン酸化合物中に非常に微量ではあるが遊離リン酸が未反応のまま残存する場合がある。かような残存遊離リン酸は、粉末が吸湿性を持つ原因となり、このような吸湿が生じると、被膜表面のそのリン酸塩またはリン酸化合物が変質して、被膜の収縮、はく離、軟化などを引き起こす場合がある。このような現象は、金属粉末を加圧成形して得られる本発明の圧粉磁心において、比抵抗のばらつきや不安定化を招く原因となるので好ましくない。従って、本発明においては、吸湿を防止するための処理を施すことが好ましい。

#### 【0036】

吸湿を防止する方法としては、たとえば金属粉末の被覆処理中あるいは被覆処理後に加熱して、リン酸とアルミニウム間の架橋反応を促進させて遊離リン酸を消失させる方法、金属粉末表面を吸湿性のない材料で被覆して金属粉末の吸湿性を抑える方法などが挙げられる。勿論、本発明においてはこれら以外の方法を用いてもかまわない。

#### 【0037】

吸湿性を解消するために、金属粉末を加熱する場合、加熱温度は50～500℃程度とすることが好ましい。というのは、加熱温度が50℃未満では温度が低すぎ、架橋反応が進行しないため、吸湿性が完全には消失せず、一方500℃を超えると、金属と被覆材の熱膨張率の差に起因する熱応力が大きくなり、被覆材の破壊やはく離を引き起こす場合が生じるからである。加熱時間は、加熱に使用する装置、処理量などを勘案して適宜選定すればよい。コスト的には70～350℃、10～60分程度が好適である。加熱時の雰囲気は、特に限定されないが、大気雰囲気は準備や取り扱いが容易な上、加熱することによる製造コストの上昇も小さいので好適である。なお、加熱の際は、雰囲気からの吸湿を防止するために、

雰囲気中の相対湿度が40%以下となるように調湿することが好ましい。加熱方法や装置についても、特に限定されないが、たとえば乾燥機を用いて加熱する方法が簡便でよい。勿論、ロータリーキルン、流動槽型乾燥機あるいはその他の装置・方法を用いてもかまわない。

なお、上記の吸湿防止処理を行う場合、P/M比が2以上、3以下となるように調整すると、上記したコストに有利な条件で処理を完了できるだけでなく、比抵抗のばらつきや不安定化を効果的に防止することができる。

#### 【0038】

吸湿性を解消するために、非吸湿性材料で被覆する方法としては、樹脂などの有機物を被覆する方法、シリカなどの酸化物を被覆する方法、界面活性剤やシラン化合物等を用いて膜厚が単分子程度となる被膜を形成する方法などが挙げられる。

#### 【0039】

有機物を被覆する場合、用いる有機物としては、例えば樹脂のように耐水性に優れた被膜を形成する材料などが挙げられる。勿論、本発明においては、これ以外の有機物を用いてもかまわない。樹脂としては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、シリコン樹脂、アミド樹脂、イミド樹脂などが挙げられる。勿論、本発明においてはここに記載した以外の材料を用いてもかまわない。

#### 【0040】

酸化物を被覆する場合は、たとえば金属粉末をアルコキシド化合物などの酸化物前駆体中に浸漬あるいはこれで被覆する方法、コロイド状酸化物を被覆する方法、プラズマ状にした酸化物分子を被覆する方法などが挙げられる。勿論、本発明においては、ここに記載したい以外の方法を用いても構わない。

#### 【0041】

アルコキシド化合物としては、たとえばチタンアルコキシド、ジルコニウムアルコキシド、アルミニウムアルコキシド、シリコンアルコキシドなどの金属アルコキシド化合物が挙げられる。このうち、シリコンアルコキシドは、上記したアルコキシド化合物の中でも、扱い易く、さらに材料コストも小さいので好ましい。特に好適なアルコキシド化合物としては、エチルシリケート、メチルシリケートなどのアルキルシリケートが挙げられる。

#### 【0042】

コロイド状酸化物としては、たとえばアルミナゾル、シリカゾル、チタンゾル、ジルコニアゾルなどが挙げられる。コロイドを分散させる溶媒としては、どのようなものを用いても構わないが、溶媒の扱い易さを考慮すると水を用いることが好ましい。コロイド酸化物の粒子径は分散可能であるなら、どのような大きさであっても構わないが、圧粉磁心を成形する時の圧縮性に与える影響を考慮すると、平均粒径で  $0.1\mu\text{m}$  以下とすることが好ましい。

#### 【0043】

厚みが単分子程度となる被膜を形成する場合は、界面活性剤やシラン化合物を用いる方法が挙げられる。ただし、本発明では、上記の目的を達成するために、前記以外の材料を用いても、勿論構わない。

#### 【0044】

界面活性剤としては、たとえば非イオン性界面活性剤であるポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン誘導体、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ひまし油、ポリオキシエチレンアルキルアミン、アルキルアルカノールアミド、ポリオキシエチレンーポリオキシプロピレン縮合物、ポリオキシエチレンーポリオキシプロピレンブロックポリマー、あるいはイオン系界面活性剤であるアルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などのスルホン酸塩、脂肪酸塩、アルキルアミン塩、第4級アンモニウム塩などが挙げられる。本発明においては、そのいずれを用いても構わない。

## 【0045】

シラン化合物としては、シリコン原子がメチル基で終端されたメトキシシランやエチル基で終端されたエトキシシランなどのアルコキシシラン、アルコキシシランにメチル基やフェニル基などのアルキル基を付加したアルキルシラン、アルキルシラン末端にアミノ基、メタクリル基、ビニル基、エポキシ基、メルカプト基などの有機官能基を付加したシランカップリング剤などが挙げられる。本発明では、これらのいずれを用いても構わないが、シランカップリング剤を用いることが好ましい。その中でも、末端がアミノ基となっているアミノシランカップリング剤は、アミノ基部分が遊離リン酸と選択的に反応する傾向があるので遊離リン酸を被覆する効果が高い上、分子自体が高い撥水性を示すので吸湿防止能力が他のアルキル基を含有するシランカップリング剤に比べて優れているため好適である。

## 【0046】

上記した各材料は、前記したアルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物あるいはその水溶液と混合して使用しても構わないし、そのリン酸塩またはリン酸化合物を被覆した後に被覆しても構わない。ただし、そのリン酸塩またはリン酸化合物と混合して用いる場合、添加した材料とそのアルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物が反応することによって、リン酸塩またはリン酸化合物の変質を引き起こす場合がある。特に、水溶液中でイオンを形成するイオン系界面活性剤やアミノシランカップリング剤などは、添加物に含まれるイオンがリン酸塩またはリン酸化合物の変性を招き易い。従って、このような材料を用いる場合には、リン酸塩またはリン酸化合物を被覆した後に、その上に別途被覆を行うことが好ましい。なお、リン酸塩またはリン酸化合物を被覆した後に、吸湿を抑えるための材料を別途被覆すると、吸湿防止のために添加した成分が効果的に金属粉末全体を被覆するため、より高い吸湿防止効果が得られるので好適である。

## 【0047】

上記した吸湿防止のための材料は、金属粉末全量に対して0.01mass%以上、2.0 mass%以下程度とすることが好ましい。というのは、0.01mass%未満では、十分な吸湿防止効果が得られず、一方 2.0mass%を超えると、金属粉末の圧縮性を低下させてしまい、圧粉磁心とした時に磁束密度の低下や成形体強度の低下などを招くからである。好ましい添加量は0.01mass%以上、1.5 mass%以下であり、さらに好ましくは0.01mass%以上、1.0 mass%以下である。

## 【0048】

なお、上記した非吸湿性材料を添加する方法としては、どのような方法を用いても構わないが、アルミニウムを含むリン酸塩またはリン酸化合物を被覆する場合と同様に、非吸湿性の材料の溶液を用いた湿式処理法が、粉末全体に均一に添加できる点で有利である。特に、スプレーを用いて粉末に対して材料を供給する方法は、粉末に対してより一層均一に添加でき、さらに噴霧条件の調整によって被膜の状態を制御することができるので一層有利である。ただし、本発明においては、それ以外の方法を用いて、非吸湿性材料を添加しても、勿論かまわない。

## 【0049】

また、非吸湿性材料を被覆処理中あるいは被覆処理後、溶媒の揮散、非吸湿性材料の加熱硬化、安定化などを目的として、加熱処理を行っても良い。この加熱処理の条件は、用いた材料によって適宜決定すればよい。

## 【0050】

以上のようにして作製された、表面被覆金属粉末は、金型などを用いて加圧成形される。

ここに、成形圧力は、用途に応じて適宜決定すれば良い。成形圧力を向上させると、成形体の圧粉密度が向上するため、磁束密度などの磁気特性が向上し、さらには機械的強度も向上するので好ましい。好ましい成形圧力は 490 MPa以上、特に好ましい成形圧力は 980 MPa以上である。

## 【0051】

また、上記の加圧成形に際し、必要に応じて潤滑剤を金型全面に塗布あるいは添加することができる。かかる潤滑剤を利用することにより、加圧成形時に金型と粉末間の摩擦を低減することができるので、成形体密度の低下を抑制することができ、その上金型から抜き出す際の摩擦も低減できるので、取り出し時における成形体の割れを防止できるなどの改善効果が得られる。

ここに、潤滑剤としては、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの金属石鹸、あるいは脂肪酸アミドなどのワックスが挙げられる。

#### 【0052】

本発明に従い得られた金属粉末から作製される圧粉磁心は、加圧成形後に、歪取りによるヒステリシス損失の低減や成形体強度の向上などを目的とした熱処理を行っても良い。この際、加熱温度や加熱時間、加熱雰囲気等の熱処理条件は、用途に応じて適宜決定すれば良いが、加熱温度は 300～700℃、加熱時間は 5～120 分程度が好適である。加熱雰囲気としては、簡易な加熱装置で処理ができる大気以外にも、ArやN<sub>2</sub>などの不活性雰囲気、H<sub>2</sub>などの還元性雰囲気あるいは真空などが挙げられるが、本発明においてはそのいずれでも構わない。また、雰囲気露点は用途等に応じて適宜決定すれば良い。さらに、熱処理時、昇温時あるいは降温時に一定の温度で保持する段階を設けてもよい。

#### 【0053】

以上の方法で作製された成形体は、高い強度と絶縁性を呈し、さらに酸を用いた処理で問題となった腐食を抑えることが可能となる。

なお、これらの機構の詳細については明確に解明されたわけではないが、発明者らは、リン酸塩中のリン酸による金属表面での化成反応と、リン酸塩中の金属元素、とくにアルミニウムとリン酸の間で進行する架橋反応とそれに伴う遊離リン酸の消滅およびリン酸塩でできた絶縁層の形成が、本発明の金属粉末を加圧成形して作製される成形体において、高密度、高強度、高絶縁性の実現に強く影響しているものと推定している。

#### 【実施例 1】

#### 【0054】

以下、本発明の実施例について説明をする。

原料粉末としては、JFEスチール（株）製の鉄粉「KIP-304AS」を用いた。また、被覆材としては、P/M比（モル比）が表 1 に示す値になるように調整したリン酸化合物および金属化合物を用いた。なお、P/M比は、小数点第一位を四捨五入して示した。

被覆に際しては、湿式の被覆処理法を用いるものとし、溶液としては、蒸留水中における固形分濃度を 5 mass% に調整したものをを用いた。

なお、P/M比の調整は、リン酸化合物と金属化合物の溶解比あるいは混合比の調整または所定の P/M比となるように調整したリン酸塩を溶解することにより行った。そして、P/M比については、全金属成分中、アルミニウム原子が占めるモル比  $\alpha$  が  $0 < \alpha \leq 1$  になるように調整した。また、発明例 26～30 においては、表記した pH 調整剤を加えて pH の調整を行った。

#### 【0055】

被覆材と原料粉末の混合は、転動流動槽型被覆装置により実施した。被覆材の添加は、原料粉末を装置容器内で流動化させた上で、スプレーを用いてその流動状態にある粉末に対し、被覆材の固形分量が表 1 に示した量になるように噴霧することによって行った。噴霧終了後、乾燥のために 20 分間流動状態を維持して、原料粉末の表面に被覆材を被覆した金属粉末を得た。この金属粉末に、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を 0～0.2 mass% 添加した粉末を、金型に充填した上で加圧成形して測定用のリング試料（外径：38mm，内径：25mm，高さ：6.2 mm）を作製した。成形圧力は 980～1980 MPa とした。なお、潤滑材の添加量が 0% の場合には、水にステアリン酸亜鉛を分散させた潤滑剤溶液を金型内面に塗布する金型潤滑を行った。さらに、一部については、加圧成形して得られた成形体を大気雰囲気下で 400℃，60 分間の加熱処理を施した。表 2 に、潤滑剤の添加量、成形圧力、成形体試料加熱の有無を示す。

#### 【0056】

かくして得られた成形体試料の成形体密度、比抵抗、圧環強度および磁束密度について調べた結果を、表 2 に併記する。

なお、圧粉体密度は、試料の寸法と重量を測定し、その値を用いて算出した。比抵抗は、四端子法にて測定した。この際、通電電流は 1 A とした。圧環強度は、JIS Z 2507 において「焼結含油軸受けの圧環強さ試験方法」として規定されている方法によって測定した。磁束密度は、リング試料に  $\phi 0.6$  mm のホルマル被覆導線を 1 次側：100 巻、2 次側：20 巻したコイルを用いて、磁界  $H = 10$  kA/m における磁束密度  $B_{10k}$  で評価した。

また、強度と磁気特性の経時劣化について調査するために、温度：25℃、湿度：40% の雰囲気中に 10 日間保管した試料について、圧環強度と磁束密度を上記と同様の手法にて測定した。

【 0 0 5 7 】

【表 1】

表 1

No.	リン酸化合物	金属化合物 1		金属化合物 2 (又はpH調整剤)		P/M	$\alpha$	pH	固形分量 (mass%)	備 考
	名 称	名 称	割合 *	名 称	割合 *					
1	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	2	1	1.2	0.20	発明例 1
2	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	10	1	1.2	0.50	" 2
3	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	4	1	1.2	1.00	" 3
4	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1	1.0	0.10	" 4
5	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1	1.0	0.20	" 5
6	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1	1.0	0.20	" 6
7	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	4	1	1.0	0.50	" 7
8	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	6	1	1.0	1.00	" 8
9	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1	1.0	0.10	" 9
10	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1	1.2	0.20	" 10
11	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	1.00	" 11
12	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	3.00	" 12
13	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	7	1	1.2	5.00	" 13
14	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	1	1	1.2	0.05	" 14
15	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	2	1	1.2	0.10	" 15
16	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.05	" 16
17	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.10	" 17
18	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.20	" 18
19	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.50	" 19
20	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	4	1	1.2	1.00	" 20
21	ピロリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1	1.5	1.00	" 21
22	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	50	リン酸マンガン	50	2	0.9	3.0	0.50	" 22
23	—	リン酸アルミニウム	80	硝酸亜鉛	20	4	0.9	1.5	0.75	" 23
24	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.20	" 24
25	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1	1.2	0.20	" 25
26	—	リン酸アルミニウム	90	フマル酸1ナトリウム	10	3	0.9	3.0	0.10	" 26
27	—	リン酸アルミニウム	90	酸性ピロリン酸ナトリウム	10	3	0.9	4.0	0.10	" 27
28	—	リン酸アルミニウム	90	リン酸1カリウム	10	3	0.9	4.0	0.10	" 28
29	—	リン酸アルミニウム	90	ホウ酸	10	3	0.9	4.0	0.10	" 29
30	—	リン酸アルミニウム	80	ホウ酸	20	3	0.9	6.0	0.10	" 30
31	—							—	—	比較例 1
32	—							—	—	" 2
33	エポキシ樹脂							—	0.20	" 3
34	エポキシ樹脂							—	0.50	" 4
35	エポキシ樹脂							—	1.00	" 5
36	0.1N硫酸							0.1	0.20	" 6
37	85%オルトリン酸							0.8	0.20	" 7
38	85%オルトリン酸: 163 g、MgO: 31 g、ホウ酸: 30 g							3.0	0.20	" 8
39	85%オルトリン酸: 163 g、MgO: 31 g、ホウ酸: 30 g							3.0	0.50	" 9
40	ポリアミド樹脂							—	1.00	" 10

\* 割合: 示した成分の金属元素の原子が、全金属成分の原子数M中に占める割合

【0058】

【表 2】

表 2

No.	添加量	潤滑剤 (mass%)	成形圧 (MPa)	熱処理 の有無	試料調整直後				10日後		備 考
					成形体密度 ( $\text{Mg}/\text{m}^3$ )	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )	圧環強度 (MPa)	磁束密度 $B_{10k}$ (T)	圧環強度 (MPa)	磁束密度 $B_{10k}$ (T)	
1	0.20	0.20	980	有り	7.54	95	87	1.50	92	1.50	発明例 1
2	0.50	0.20	980	有り	7.50	240	86	1.51	92	1.52	" 2
3	1.00	金型潤滑	980	なし	7.35	4550	81	1.41	86	1.41	" 3
4	0.10	金型潤滑	980	なし	7.62	132	90	1.52	96	1.54	" 4
5	0.20	金型潤滑	980	なし	7.59	242	89	1.50	93	1.51	" 5
6	0.20	金型潤滑	980	なし	7.58	253	92	1.50	98	1.50	" 6
7	0.50	金型潤滑	1470	なし	7.67	343	95	1.57	99	1.59	" 7
8	1.00	金型潤滑	1470	なし	7.56	323	86	1.49	92	1.51	" 8
9	0.10	金型潤滑	1470	有り	7.73	98	104	1.69	109	1.70	" 9
10	0.20	金型潤滑	980	有り	7.64	103	98	1.57	104	1.58	" 10
11	1.00	金型潤滑	980	有り	7.45	1304	96	1.48	101	1.48	" 11
12	3.00	金型潤滑	980	有り	7.23	8750	86	1.32	90	1.34	" 12
13	5.00	金型潤滑	980	有り	7.01	12353	86	1.30	91	1.30	" 13
14	0.05	0.20	980	なし	7.64	85	87	1.63	92	1.64	" 14
15	0.10	0.20	980	なし	7.62	120	89	1.60	93	1.61	" 15
16	0.05	金型潤滑	980	なし	7.62	108	89	1.62	92	1.68	" 16
17	0.10	金型潤滑	980	なし	7.61	160	92	1.65	93	1.65	" 17
18	0.20	金型潤滑	980	有り	7.62	200	94	1.63	95	1.64	" 18
19	0.50	金型潤滑	1470	有り	7.65	398	109	1.58	108	1.59	" 19
20	1.00	金型潤滑	1470	有り	7.54	1574	102	1.54	103	1.53	" 20
21	1.00	金型潤滑	1470	なし	7.55	1245	96	1.55	102	1.55	" 21
22	0.50	金型潤滑	1980	なし	7.75	308	119	1.73	122	1.73	" 22
23	0.75	金型潤滑	980	有り	7.56	340	90	1.51	94	1.51	" 23
24	0.20	金型潤滑	1980	有り	7.74	120	121	1.74	121	1.73	" 24
25	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	320	91	1.60	92	1.61	" 25
26	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	520	99	1.60	103	1.61	" 26
27	0.20	金型潤滑	980	なし	7.61	542	102	1.59	106	1.60	" 27
28	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	453	101	1.59	105	1.60	" 28
29	0.20	金型潤滑	980	なし	7.62	592	104	1.61	109	1.61	" 29
30	0.20	金型潤滑	980	なし	7.62	493	101	1.61	107	1.62	" 30
31	0	金型潤滑	980	なし	7.66	8.5	79	1.67	78	1.68	比較例 1
32	0	金型潤滑	1470	なし	7.71	4.2	80	1.72	81	1.71	" 2
33	0.20	金型潤滑	980	なし	7.57	2310	62	1.54	63	1.54	" 3
34	0.50	金型潤滑	980	なし	7.45	8710	36	1.48	35	1.48	" 4
35	1.00	金型潤滑	980	なし	7.32	23600	21	1.35	21	1.36	" 5
36	0.20	金型潤滑	980	なし	7.58	67	85	1.55	54	1.32	" 6
37	0.20	金型潤滑	980	なし	7.57	45	86	1.56	45	1.24	" 7
38	0.20	金型潤滑	980	有り	7.62	24	85	1.59	85	1.60	" 8
39	0.50	金型潤滑	1470	有り	7.60	35	84	1.56	85	1.57	" 9
40	2.00	金型潤滑	1470	*	6.80	14210	90	1.01	90	1.00	" 10

\* 200℃、2時間の加熱処理

## 【0059】

表2から明らかなように、発明例はいずれも、優れた圧粉体密度、比抵抗、圧環強度および磁束密度が得られ、また強度と磁気特性の経時劣化は全くなかった。また、発明例25と発明例26～30の比較より、pH調整剤によるpHの調整が圧粉体特性とくに強度や比抵抗の改善に有効であることが分かる。

## 【0060】

比較例1、2は、原料粉末だけを加圧成形した場合の結果である。被覆材を用いていないので比抵抗は著しく低く、さらに被覆処理を行った粉末を同一圧力で加圧成形した試料

よりも圧環強度も低かった。

比較例 3 ～ 5 は、本発明である被覆材の代わりに、水分散型エポキシ樹脂（樹脂濃度：5 mass%）を被覆材として原料粉末に被覆したものである。試料の作製手順および評価手順は、実施例と同様の方法にて実施した。エポキシ樹脂を用いた試料は、本発明である被覆材を同一量添加し、同一圧力で成形した試料に比べて、圧環強度が弱く、また磁束密度も著しく低かった。

比較例 6 は、原料粉に 0.1 N 硫酸を、比較例 7 は 85% オルトリン酸を、それぞれ所定固形分量になるように添加、混合、乾燥して得た金属粉末について、実施例と同様の方法にて評価した場合の結果である。強度と磁気特性が経時劣化していることが認められる。

#### 【0 0 6 1】

比較例 8, 9 は、被覆材として、蒸留水：1 リットル当たり、85% オルトリン酸：163 g、MgO：31 g、ホウ酸：30 g を溶解し、さらに蒸留水を加えて固形分濃度を 5 mass% に調整した水溶液を原料粉末に対して、実施例と同様の手順で添加、評価した場合の結果である。成形圧および添加量が同一で、被覆材だけを代えた発明例 18 や発明例 19 に比べて比抵抗が著しく低下していることが分かる。

比較例 10 は、水分散型アミド樹脂（固形分濃度：5 mass%）を被覆した場合の結果である。この例は、被覆粉末を加圧成形したのち、200 °C、2 時間の加熱を行った試料で評価した。強度と比抵抗は高いが、磁束密度が著しく低いことが分かる。

#### 【実施例 2】

#### 【0 0 6 2】

実施例 1 と同様にして、表 3 に示すように、P/M 比および  $\alpha$  値を種々に変化させた被覆材を用いて、リング試料（外径：38mm，内径：25mm，高さ：6.2 mm）を作製した。

かくして得られた成形体試料の成形体密度、比抵抗、圧環強度および磁束密度について調べた結果を、表 4 に示す。

#### 【0 0 6 3】



【表 3】

表 3

No.	被 覆 材										成形条件	備 考
	リン酸化合物	金属化合物 I		金属化合物 II		P/M	α	pH	被覆条件 固形分量 (mass%)	成形圧力 (MPa)		
		名 称	割合 *	名 称	割合 *							
41	オルトリン酸	リン酸アルミニウム	100	—	—	0	1	1	1.3	1.0	980	発明例31
42	オルトリン酸	リン酸アルミニウム	100	—	—	0	2	1	1.2	1.0	980	" 32
43	オルトリン酸	リン酸アルミニウム	100	—	—	0	3	1	1.2	1.0	980	" 33
44	オルトリン酸	リン酸アルミニウム	100	—	—	0	4	1	1.0	1.0	980	" 34
45	オルトリン酸	リン酸アルミニウム	100	—	—	0	10	1	1.0	1.0	980	" 35
46	オルトリン酸 (85%)	水酸化アルミニウム	30	リン酸亜鉛	70	70	3	0.3	1.2	0.5	1470	" 36
47	オルトリン酸 (85%)	水酸化アルミニウム	50	リン酸亜鉛	50	50	3	0.5	1.2	0.5	1470	" 37
48	オルトリン酸 (85%)	水酸化アルミニウム	80	リン酸マンガン	20	20	3	0.8	1.2	0.5	1470	" 38
49	オルトリン酸 (85%)	水酸化アルミニウム	90	リン酸マンガン	10	10	3	0.9	1.2	0.5	1470	" 39
50	オルトリン酸 (85%)	水酸化アルミニウム	100	—	—	0	3	1	1.2	0.5	1470	" 40

\* 割合: 示した成分の金属元素の原子が、全金属成分の原子数M中に占める割合

【0064】

【表 4】

No.	試料調整条件					試料調整直後				10日後		備考
	$\alpha$	P/M	固形分量 (mass%)	成形圧力 (MPa)	熱処理の 有無	圧粉体密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )	圧環強度 (MPa)	磁束密度 B <sub>10k</sub> (T)	圧環強度 (MPa)	磁束密度 B <sub>10k</sub> (T)	
41	1	1	1.0	980	有り	7.45	120	81	1.49	79	1.49	発明例31
42	1	2	1.0	980	有り	7.46	898	97	1.48	98	1.49	" 32
43	1	3	1.0	980	有り	7.44	1251	99	1.47	101	1.48	" 33
44	1	4	1.0	980	有り	7.45	450	101	1.47	90	1.44	" 34
45	1	10	1.0	980	有り	7.45	232	103	1.48	85	1.43	" 35
46	0.3	3	0.5	1470	有り	7.59	120	94	1.56	80	1.45	" 36
47	0.5	3	0.5	1470	有り	7.62	232	95	1.54	84	1.49	" 37
48	0.8	3	0.5	1470	有り	7.64	380	107	1.59	110	1.59	" 38
49	0.9	3	0.5	1470	有り	7.64	376	108	1.59	109	1.60	" 39
50	1	3	0.5	1470	有り	7.65	385	110	1.59	109	1.60	" 40

表 4

## 【0065】

表 4 から明らかなように、発明例31～発明例35の比較から P/M 比を 2 以上 3 以下にすると、絶縁性が改善され、また 10 日後における試料特性の変動が小さく安定していることが分かる。また、発明例36～発明例40の比較から、アルミニウムのモル比率  $\alpha$  が 1 に近い値をとるほど、絶縁性が改善され、また 10 日後における試料特性の変動が小さく安定していることが分かる。

## 【実施例 3】

## 【0066】

原料粉末としては、JFE スチール（株）製の鉄粉「KIP-304AS」を用いた。また、被覆材としては、P/M 比および  $\alpha$  値が表 5 に示す値になるように調整したリン酸化合物を用いた。なお、P/M 比は、小数点第一位を四捨五入して示した。

被覆に際しては、湿式の被覆処理法を用いるものとし、溶液としては、蒸留水中における固形分濃度を 5 mass% に調整したものをを用いた。

なお、P/M 比の調整は実施例 1 と同様にして行った。

被覆材の原料粉末への被覆処理は、ヘンシェルミキサーで鉄粉を攪拌し、その攪拌している原料粉末に対して被覆材溶液をスプレーによって噴霧することによって行った。噴霧量は、被覆材の固形分に換算した時に、表 5 に示す量になるよう調整した。被覆処理後、乾燥のため 24 時間室温中で風乾を施した。

#### 【0067】

次に、これらの粉末に対して、表 5 に示す種々の方法で吸湿防止処理を実施した。この際、吸湿防止処理を、リン酸塩被覆処理後に実施する場合には、固形分濃度を 5 mass% に調整した材料水溶液を、リン酸塩の場合と同様にヘンシェルミキサーとスプレーを用いて被覆した。そして、この被覆処理後、乾燥のため 24 時間室温中で風乾を施した。また、酸化物ゾルを単体で被覆する場合には、平均粒径：50nm のものをを用いた。さらに、リン酸塩と吸湿防止処理剤を同時に添加する場合には、リン酸塩溶液中に吸湿防止処理剤を添加したのち、固形分濃度を改めて 5 mass% としたものをを用いた。

#### 【0068】

これらの粉末を、気温：20℃、相対湿度：30% の環境に 1 日暴露したものと、60 日暴露したものを準備した。

これらの試料それぞれについて、実施例 1 と同様の手順でリング試料を作製し、成形体密度、比抵抗および磁束密度について調べた結果を、表 6 に示す。

なお、潤滑は、すべて金型潤滑を使用し、成形後の熱処理は、表 6 に示したものについて実施した。熱処理条件は実施例 1 と同様の条件とした。

#### 【0069】

【表 5】

表 5

No.	リン酸化合物		P/M	$\alpha$	固形分量 (mass%)	吸 湿 防 止 処 理			備 考
	名称					処理内容	処 理 条 件	添加量 (mass%)	
1	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	実施せず	—	—	発明例41
2	リン酸アルミニウム		3	1	1.00	実施せず	—	—	" 42
3	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	粉末加熱	150℃, 30分大気中加熱	—	" 43
4	リン酸アルミニウム		3	1	1.00	粉末加熱	250℃, 30分大気中加熱	—	" 44
5	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	酸化物被覆	リン酸アルミニウム被覆後、コロイダルシリカを被覆	0.1	" 44
6	リン酸アルミニウム		3	1	1.00	酸化物混合	リン酸アルミニウムにジルコニアゾルを混合して、被覆時に吸湿防止処理を並行実施	0.5	" 46
7	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	酸化物被覆	リン酸アルミニウム被覆後、エチルシリケートを被覆	0.1	" 47
8	リン酸アルミニウム		3	1	1.00	樹脂被覆	リン酸アルミニウム被覆後、シリコーン樹脂を被覆	0.5	" 48
9	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	界面活性剤混合	リン酸アルミニウムに非イオン界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルエーテル；HLB = 13.6）を混合して、被覆時に吸湿防止処理を並行実施	0.05	" 49
10	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	界面活性剤被覆	リン酸アルミニウム被覆後、イオン界面活性剤（ポリオキシエチレンアルキルアミン）を被覆	0.05	" 50
11	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	シラン混合	リン酸アルミニウム被覆後、アルキルシラン（トリメチルメトキシシラン）を被覆	0.02	" 51
12	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	シラン被覆	リン酸アルミニウム被覆後、アミノシラン（アミノプロピルトリエトキシシラン）を被覆	0.02	" 52
13	リン酸アルミニウム		3	1	1.00	シラン被覆	リン酸アルミニウム被覆後、シラン（トリメチルメトキシシラン）を被覆	0.05	" 53
14	リン酸アルミニウム		3	1	0.20	シラン被覆	リン酸アルミニウム被覆後、アミノシラン（アミノプロピルトリエトキシシラン）を被覆	0.02	" 54
15	リン酸アルミニウム リン酸亜鉛 オルトリン酸		3	0.9	0.50	シラン被覆	リン酸アルミニウム被覆後、アミノシラン（アミノプロピルトリエトキシシラン）を被覆	0.02	" 55

【0070】

【表6】

No.	P/M	添加量 (mass%)	成形圧 (MPa)	熱処理 の有無	比抵抗 ( $\mu\Omega\text{m}$ )		成形体密度 ( $\text{Mg}/\text{m}^3$ )		磁束密度 $B_{10k}$ (T)		備考
					1日暴露	60日暴露	1日暴露	60日暴露	1日暴露	60日暴露	
1	3	0.20	1470	なし	451	915	7.62	7.62	1.65	1.66	発明例41
2	3	1.00	1470	なし	3250	6580	7.54	7.54	1.53	1.54	" 42
3	3	0.20	1470	なし	320	500	7.63	7.62	1.64	1.66	" 43
4	3	1.00	1470	なし	1754	2201	7.55	7.54	1.54	1.53	" 44
5	3	0.20	1470	なし	870	865	7.50	7.49	1.50	1.51	" 45
6	3	1.00	1470	なし	3545	3812	7.43	7.44	1.46	1.49	" 46
7	3	0.20	1470	なし	890	882	7.53	7.54	1.53	1.53	" 47
8	3	1.00	1470	なし	3545	3987	7.43	7.44	1.48	1.49	" 48
9	3	0.20	1470	なし	556	670	7.60	7.61	1.65	1.64	" 49
10	3	0.20	1470	なし	601	615	7.61	7.62	1.65	1.65	" 50
11	3	0.20	1470	なし	870	910	7.62	7.62	1.66	1.65	" 51
12	3	0.20	1470	なし	901	900	7.62	7.63	1.65	1.66	" 52
13	3	1.00	1470	なし	3650	3648	7.54	7.55	1.53	1.53	" 53
14	3	0.20	1470	有り	405	410	7.62	7.62	1.65	1.65	" 54
15	3	0.50	1980	有り	450	455	7.60	7.61	1.64	1.64	" 55

表 6

## 【0071】

表6から明らかなように、吸湿防止処理を施した発明例43～53はいずれも、60日暴露後においても成形体の比抵抗の変動は小さく、安定化していることが分かる。発明例43、44と発明例45～53の比較から、加熱による吸湿防止処理よりも、非吸湿性材料の被覆による吸湿防止処理の方が、比抵抗の変動が一層小さくなることが分かる。

また、界面活性剤やシランを用いた発明例49～53は、吸湿防止のために酸化物や樹脂を

用いた発明例45～48に比べて、成形体密度や磁束密度が高く、これにより、界面活性剤やシランが吸湿防止材として特に優れていること分かる。また、界面活性剤をリン酸塩化合物と一緒に被覆した発明例49に比べ、別々に被覆した発明例50は比抵抗の変化がより小さくなっており、別々に被覆すると一層の吸湿防止効果が得られることが分かる。

さらに、アミノシランを用いた発明例52, 53は、それ以外の吸湿防止処理に比べても比抵抗の変化が極めて小さい。これにより、吸湿防止処理として、アミノシランの利用がとりわけ有効であることが分かる。

また、発明例52と同様の手順で試料を作製し、その上で熱処理を施した発明例54も、同様の効果が確認された。

なお、吸湿防止処理を施していない発明例41, 42以外は、60日暴露後の粉末流動性も良好であった。

#### 【 0 0 7 2 】

以上、実施例では、原料粉末として、J F E スチール（株）製の鉄粉「KIP-304AS」を用いた場合について説明したが、本発明では、あらゆる鉄を主成分とする原料粉末に対しても、また鉄系以外であっても強磁性を有するニッケルやコバルト粉末に対しても勿論ながら有効である。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】高い絶縁性と磁束密度を有し、かつ高い成形体強度を持つ、モーター用の鉄心として有用な圧粉磁心用金属粉末を提供する。

【解決手段】強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末において、該被覆材として、アルミニウムを含有するリン酸塩またはリン酸化合物を用いる。

【選択図】なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 3 2 6 8 3 4
受付番号	5 0 3 0 1 5 4 6 6 8 8
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 9 月 2 4 日

## &lt; 認定情報・付加情報 &gt;

## 【特許出願人】

【識別番号】	000001258
【住所又は居所】	東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号
【氏名又は名称】	J F E スチール株式会社

## 【代理人】

申請人	
【識別番号】	100072051
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関 3 - 2 - 4 霞山ビル 7 階
【氏名又は名称】	杉村 興作



特願 2 0 0 3 - 3 2 6 8 3 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 1 2 5 8 ]

1. 変更年月日            1 9 9 0 年    8 月 1 3 日  
    [変更理由]            新規登録  
          住    所        兵庫県神戸市中央区北本町通 1 丁目 1 番 2 8 号  
          氏    名        川崎製鉄株式会社
  
2. 変更年月日            2 0 0 3 年    4 月    1 日  
    [変更理由]            名称変更  
                            住所変更  
          住    所        東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号  
          氏    名        J F E スチール株式会社